

⑬日本国特許庁(JP)

⑭特許出願公告

⑫ 特 許 公 報 (B2)

昭56-48539

⑮ Int.Cl.³

識別記号

庁内整理番号

⑯公告 昭和56年(1981)11月16日

C 09 K 3/10
 C 04 B 35/54
 F 16 J 15/30

6526-4H
 7412-4G
 6738-3J

発明の数 3

(全6頁)

J

2

⑭スリーブジョイント用パッキング材とその製造方法

⑯特 願 昭51-51909

⑰出 願 昭51(1976)5月7日

公 開 昭52-135319

⑱昭52(1977)11月12日

⑲発 明 者 川瀬啓三

滋賀県滋賀郡志賀町北浜90

⑳発 明 者 土肥禎

大津市田辺町7-11

㉑発 明 者 大嶋博光

新座市片山1丁目7番3号

㉒出 願 人 日本黒鉛工業株式会社

大津市唐橋町9番22号

㉓出 願 人 入江工研株式会社

東京都中央区銀座4丁目11番7号

㉔代 理 人 弁理士 杉村暁秀

外1名

㉕引用文献

特 開 昭51-12051(JP,A)

㉖特許請求の範囲

1 (a) 可撓性膨脹黒鉛70～99.5重量%と、
 (b) 粒度1 μ m以下のコロイド状の窒化硼素、二硫化、モリブデン、シリカ、アルミナ、黒鉛の1種または2種以上の微粉末状結合剤0.5～30重量%とから成る均一混合組成物(a+b)を所望の厚さの環状に加圧成形せしめて成る耐熱、耐磨耗性のほか特に気密性、弾力性に優れたことを特徴とするスリーブジョイント用パッキング材。

2 (b)粒度1 μ m以下のコロイド状の窒化硼素、二硫化モリブデン、シリカ、アルミナ、黒鉛の1種または2種以上の微粉末結合剤0.5～30重量%を、(c)水、揮発性有機溶剤または両者の混合液体中に固形分0.1～5重量%の割合に混合分散せしめた懸濁液(b+c)を調製する工程(i)と、

該調製工程(i)にて得られた微粉末状結合剤の懸

濁液(b+c)を、ドラムにて攪拌中または空気輸送中の(a)可撓性膨脹黒鉛70～99.5重量%に対し、均一に吹付けまぶしまたは分散混合せしめる混合工程(ii)と、

5 該混合工程(ii)にて得られた混合粉体(a+b+c)を、常温または加熱下にて所望の厚さの環状に加圧成形する成形工程(iii)との結合工程(i+ii+iii)から成ることを特徴とするスリーブジョイント用パッキング材の製造方法。

10 3 (a)可撓性膨脹黒鉛70～99.5重量%と、(b)粒度1 μ m以下のコロイド状の窒化硼素、二硫化モリブデン、シリカ、アルミナ、黒鉛の1種または2種以上の微粉末状結合剤0.5～30重量%とを、多量の(c)水、揮発性有機溶剤または両者の混合液体中にて混合攪拌し均一組成を有する懸濁液(a+b+c)を調整する工程(i)と、

15 該調製工程(i)にて得られた可撓性膨脹黒鉛と微粉末状結合剤との混合物の懸濁液(a+b+c)を脱水脱溶媒、乾燥する乾燥工程(ろ)と、

20 該乾燥工程(ろ)にて得られた均一な混合粉体(a+b)を、常温または加熱下にて所望の厚さの環状に加圧成形する成形工程(h)との結合工程(i+ろ+h)から成ることを特徴とするスリーブジョイント用パッキング材の製造方法。

25 発明の詳細な説明

本発明は、スリーブジョイント用パッキング材およびその製造方法に関するものである。

この種の水、スチームおよび各種流体用のスリーブジョイント用パッキング材としては、従来ゴムパッキング、アスベストパッキング、テフロンパッキング等が主として用いられる。しかしながら、ゴムパッキング材は、耐熱性の点、磨擦熱発生や低温時の脆性等の点で問題があり、使用温度は精々-40℃～180℃と狭く、また使用に伴う劣化も比較的早く、使用後、精々1～2年位で取替えなければならないのが実状である。また、アスベストパッキング材は、耐熱性はゴムに比し確か

3

に良いが、使用開始時に十分締付けておいても、長期の使用に伴って弾性不足のため応力緩和（へたり）を生じ、時間の経過と共に漏洩事故が発生し易く、その都度増締をしなければならないという欠点がある。さらにテフロンパッキング材は、熱膨脹係数が大きく、温度変化があると漏洩を起す。すなわち、テフロンの線膨脹係数は、 $3.92 \times 10^{-4} / ^\circ\text{C}$ ($40^\circ \sim 128^\circ\text{C}$)、 $5.27 \times 10^{-4} / ^\circ\text{C}$ ($128^\circ \sim 200^\circ\text{C}$) の程度である。テフロンはまた、耐摩耗性に劣ると同時に油が共存すると摩擦係数も大きくなり、平滑に摺動することが困難であると同時にへたりの心配もある。また、スチームの場合グリースやオイルとのなじみが悪い。

さらに、これらの欠点を解消するためグラフアイト自身を用いるスリーブジョイントも提案されている（例えば実願昭50-162899号）。すなわち、黒鉛自身は無機物質にして特に耐熱性、耐蝕性さらに滑潤性に優れている。しかし黒鉛自体では、無機物質のため、表面がどちらかと言えば硬すぎて、弾力性、摺動するスリーブ表面とのなじみ性、気密性の点で不十分な処もいえない。また黒鉛自体の成形性も必ずしも良くない。高圧成形を行なうと前述の表面硬度が大きくなりすぎ、なじみ性、気密性が問題になって来る。逆に低圧成形を行なえば、耐摩耗性やいわゆるへたりの問題も生じて来る。

本発明は、以上の欠点をすべて除去するためになされたもので、耐熱磨耗性のほか、特に、気密性、弾力性、なじみ性、さらに所望の形状寸法への成形性に優れたスリーブジョイント用パッキング材およびその製造方法を提供しようとするものである。

本発明は、先づ、(a)可撓性膨脹黒鉛70~99.5重量%と、(b)粒度1 μm 以下のコロイド状の窒化硼素、二硫化モリブデン、シリカ、アルミナ、黒鉛の1種または2種以上の微粉末状結合剤0.5~30重量%とから成る均一混合組成物(a+b)を有し、所望の厚さの環状に加圧せしめて成る耐熱、耐摩耗性のほか特に気密性、弾力性に優れたスリーブジョイント用パッキング材である。

本発明は、さらに、(b)粒度1 μm 以下のコロイド状の窒化硼素、二硫化モリブデン、シリカ、アルミナ、黒鉛の1種または2種以上の微粉末状結

4

合剤0.5~30重量%を、(c)水、揮発性有機溶剤または両者の混合液体中に固形分0.1~5重量%の割合に混合分散せしめた懸濁液(b+c)を調製する工程(i)と、該調製工程(i)にて得られた微粉末状結合剤の懸濁液(b+c)を、ドラムにて攪拌中または空気輸送中の(a)可撓性膨脹黒鉛70~99.5重量%に対し、均一に吹付けまぶしまたは分散混合せしめる混合工程(ii)と、該混合工程(ii)にて得られた混合粉体(a+b+c)を、常温または加熱下にて所望の厚さの環状に加圧成形する成形工程(iii)との結合工程(イ+ロ+ハ)から成るスリーブジョイント用パッキング材の製造方法である。

本発明は、さらにまた、(a)可撓性膨脹黒鉛70~99.5重量%と、(b)粒度1 μm 以下のコロイド状の窒化硼素、二硫化モリブデン、シリカ、アルミナ、黒鉛の1種または2種以上の微粉末状結合剤0.5~30重量%とを、多量の(c)水、揮発性有機溶剤または両者の混合液体中にて混合攪拌し均一組成を有する懸濁液(a+b+c)を調製する工程(i)と、該調製工程(i)にて得られた可撓性膨脹黒鉛と微粉末状結合剤との混合物の懸濁液(a+b+c)を脱水脱溶媒し乾燥する乾燥工程(ろ)と、該乾燥工程(ろ)にて得られた均一な混合粉体(a+b)を、常温または加熱下にて所望の厚さの環状に加圧成形する成形工程(ハ)との結合工程(イ+ろ+ハ)から成るスリーブジョイント用パッキング材の製造方法である。

しかして本発明にて用いる前記可撓性膨脹黒鉛は、通常の黒鉛とは異なり、天然黒鉛やキツシュ黒鉛および熱分解黒鉛のような人造黒鉛の粉末粒子を、硫酸と硝酸とを含む混合物、その他塩素酸カリ、クロム酸、過マンガン酸カリ、クロム酸カリ、重クロム酸カリ、過塩素酸等の強酸化剤により酸化処理する。また、例えば特願昭50-33856号によつても得られる。すなわち、黒鉛粒子の層間処理により黒鉛粒子を酸化状態にし、これを100 $^\circ\text{C}$ 以上に加熱すると層間が拡大膨脹し、少くとも80倍~200倍に膨脹する。このものはそれ自体著しい可撓性を有し、本願の可撓性膨脹黒鉛としては、このようにして得られるものを用いる。なお、この可撓性膨脹黒鉛の数量限定については、前記の70重量%未満では、パッキング材としての可撓性およびスリーブへのなじ

5

み性が十分に得られなくなるので不可であり、逆に9.5重量%を越えると、成形性が悪く、またかえって磨耗性が悪く、またかえって磨耗性が低下するので不可である。

次に前記のコロイド状微粉末結合剤は、粒度が通常 $1\mu\text{m}$ 以下のものを用いると好適である。これは、前記可撓性黒鉛に対し1種の粘結剤として、あるいは粉体の最密充填に関係するため、この組成のものをパツキング材として使用した場合、可撓性黒鉛のみにて製造したものより、機械的強度が増し、形くづれがなくなり、耐磨耗性が向上すると同時に、粉体が最密充填されることにより、気密性も向上する。前記コロイド状黒鉛の粒度は、 $0.1\sim 1\mu\text{m}$ 、平均粒径 $0.5\mu\text{m}$ 程度のものが最も一般的である。粒度が $1\mu\text{m}$ を越えると、コロイド的性の低下から、前記の粘結剤としての作用が減少し不可である。コロイド黒鉛は通常鱗状または土状黒鉛をハンマーミル、ボールミル、コロイドミル等で順次湿式にて粉碎して得られるものを用いる。なお、例えば、日本黒鉛工業株式会社製商品名スーパーコロハイト#72、#3等を用いることもできる。コロイド状窒化硼素はコロイド状黒鉛と同様の方法で製造される。なお、例えば、日本黒鉛工業株式会社製商品名ルービーエヌ#5026、#FK-26などを用いることができる。コロイド状窒化硼素の特徴は自己潤滑性を有するほか、黒鉛よりさらに撥水性であることから水等の浸透によるリークを防止すると同時に黒鉛との複合効果により耐磨耗性が向上する。次にコロイド状二硫化モリブデンも略々同様に作られ、例えば、日本黒鉛工業株式会社製商品名モリハイト#ME-20等を用いることができる。コロイド状二硫化モリブデンは摺動面(金属質)とのなじみを良くし、潤滑性を向上させると同時にリークを減少させる。なお、これらのコロイド状結合剤のうちアルミナ、シリカは何れも特にパツキング材の硬度、耐熱性をも向上させる。

次にこれらの微粉末状結合剤の数量限定であるが、0.5重量%未満では前述の如き粘結剤としての効果が不十分で不可であり、逆に30重量%を越えると、パツキング材としての気密性および弾力性に悪影響を与えるため不可である。通常2~15重量%が特に好ましい。

次に、本発明に係る製造方法において、前記の

6

微粉末状結合剤を用いて懸濁液($b+c$)を調製するわけであるが、その分散媒として、水、例えば低級アルコール、ケトン、エステル類、炭化水素等の揮発性の有機溶剤または両者の混合液体を用いる。しかし固形分0.1~5重量%の割合にて混合分散させる。固形分0.1重量%未満では、前記分散媒を多量に必要とし、経済性から考えて不可であり、逆に5重量%を越えると、微粉末状結合剤の濃度が高くなり、次工程における分散混合を均一に行なうことが困難となるので不可である。すなわち、(b)微粉末状結合剤を(a)可撓性膨脹黒鉛に対して均一に混合分散せしめることが困難になり、(b)微粉末状結合剤の濃度分布のバラツキが大となるので不可である。次に成形工程(ハ)における加圧の圧力としては、得られるパツキング材の目的、用途、形状等により異なるが、通常は $5\sim 150\text{kg}/\text{cm}^2$ の範囲である。また成形方法としては、プレス成形、ロール成形、空気圧送充填成形等が適用できる。

また、室温以外の加熱下で行なう場合には、通常 $80^\circ\text{C}\sim 300^\circ\text{C}$ の範囲であり、好ましくは $100^\circ\text{C}\sim 200^\circ\text{C}$ である。

次に、さらに本発明に係る製造方法において、(a)可撓性膨脹黒鉛と、(b)微粉末状結合剤とを、いわゆる湿式にて混合するわけである。用いる液媒体は、多量の(c)水、例えば低級アルコール、ケトン、エステル類、炭化水素等の揮発性の有機溶剤または両者の混合液体である。湿式にて均一に混合後は、前記分散媒の液体(c)を除却回収し、乾燥した混合粉体($a+b$)を得る。次に成形工程(ハ)における加圧の圧力は前記の場合と全く同一である。

また、室温以外の加熱下で行なう場合も前記の場合と全く同一である。

次に本発明に係るパツキング材は、可撓性膨脹黒鉛と微粉末状結合剤との組み合わせによる効果のため、次の特徴を有する。すなわち、先づ、耐熱性が良好で使用温度範囲は $-200^\circ\text{C}\sim 550^\circ\text{C}$ と非常に広い。ゴムパツキング材のように劣化が起らず長期の使用に耐える。非常に気密性と弾力性に富み、へたりが生ぜず、アスベストパツキング材のように増締めは不要である。また、テフロンと同様に摩擦係数が非常に小さく、自己潤滑性があると同時にテフロンよりも耐磨耗性に優れてい

7

る。また、可撓性と弾力性に富み自由に曲げることが可能であり、主成分をなす可撓性黒鉛の熱膨脹係数が前述のテフロンのに比し小さい。すなわち、面方向にて $-0.36 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ ($21 \sim 1093^{\circ}\text{C}$)、厚さ方向にて $27 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ ($21 \sim 2244^{\circ}\text{C}$)であり、そのためテフロンのように温度変化によるリークがない。また、シール性が良好で、パッキング材の重ね数を従来のアスベスト、テフロンに比し1/2以下で十分であることが実験の結果判明した。優れた可撓性と弾力性によりスリーブ表面とのなじみ性が良く、長期の使用にもへたりがなく、勿論油、グリースの使用にも十分に耐え、スリーブジョイント用のパッキング材として極めて好適である。

従来この種の継手には、ベローズ伸縮管継手と本発明のパッキング材を用いるスリーブジョイントを比較する場合、スリーブジョイントの利点は次の如くである。

- (1) 大きなストロークが容易に吸収できる。
- (2) 安価である。
- (3) ねじれが吸収可能である。
- (4) 耐圧力が高い。
- (5) コンパクトに小型化することができる。
- (6) 万一リークが生じた場合でも、ベローズの場合には、急に大量の漏洩が出て危険であるが、スリーブジョイントの場合には精々滲み出る程度である。

次に本発明の実施例について説明する。

実施例 1

粒度 $1\mu\text{m}$ 以下のコロイド状の窒化硼素(b)として、日本黒鉛工業株式会社製商品名ルービーエヌ#5026を使用し、このもの15重量%と、(a)可撓性膨脹黒鉛85重量%とを混合するのであるが、この混合に先立ち、先づ、前記の窒化硼素(b)1に対し99(重量比)の水(c)を加えてよく攪拌し水の懸濁液(b+c)(固形分1重量%)を調製する〔(イ)工程〕。

この懸濁液(b+c)、すなわち、15重量%の窒化硼素微粉末を含むものを、空気輸送中の85重量%の可撓性膨脹黒鉛(a)に対し、吹付けにより均一に添加しまぶし回転ドラムにてよく混合する〔(ロ)工程〕。少量の場合には回転ドラムだけで回転混合してもよい。なお、この場合、前記懸濁液(b+c)中の水分(c)は、空気輸送および混

8

合中に大部分蒸発逸散する。この混合粉体((a+b+c)、実質的には(a+b))を用い、内径70mm、外径90mm、厚さ10mmの断面三角形のリング状パッキング材を加圧成形する〔(ハ)工程〕。

この場合の成形条件は室温で50kg/cm²の圧力で圧縮機により成形する。すなわち、これらの工程(イ+ロ+ハ)の結合により製造する。このリング状パッキング材を第1図～第3図に示す形態にてスリーブジョイントに組立てる。すなわち、フランジ1を一端に設けたスリーブ2に対して、パッキング押え3、ハウジング4により本実施例に係るパッキング材5を配設し、バツクアツプスリーブ6を介してスプリング7により押圧し、リングA8およびリングB9を介して中央管10にてスリーブ2と接続させることによつてレジューサ11と連結する。なお、前記リングA8とリングB9との間にはガスケット12を挿入してある。レジューサ11の他端にもフランジ1を設ける。前記パッキング材5の一辺の表面aが前記スリーブ2の表面とシールしたまま摺動する。このように本実施例に係るパッキング材5は、実用の結果、従来のパッキング材に比し、耐熱、耐磨耗性のはか、特に気密性、弾力性、なじみ性、さらに所望の形状寸法への成形性に極めて優れた効果を奏することが証明された。特に、本実施例と同じ大きさ寸法の、可撓性膨脹黒鉛ではない普通の黒鉛粉末のみを用いて成形して得られたパッキング材よりも遙かに気密性、弾力性、スリーブへのなじみ性、成形性において本実施例が優れることが認められた。

又、この場合に、前記のコロイド状のシリカ、アルミナを単独に、又さらに、前記の微粉末状結合剤(b)のみを使用した場合のパッキング材は、どれもパッキング材としての可撓性、弾力性に欠け、スリーブへのなじみ性も不十分であり、成形性も悪く、本実施例より劣ること勿論である。

なお、このパッキング材の寸法を、内径240mm、外径260mm、厚み10mmにしたもの、さらに第4図に示すように環状体の断面が正方形のものも同様に製造し用いることができ、略々同様の効果を奏する。

なお、前記の成形温度を室温に代わり100℃にした場合にも略々同様の結果が得られた。

さらに又、加圧成形後のパッキング材の見掛比

9

重は0.9～1.6が普通である。

実施例 2

前記実施例1における(b)窒化硼素の代りに、(1)粒度1 μm 以下のコロイド状の二硫化モリブデン単独、(2)同じく平均粒径0.5 μm のコロイド状の黒鉛単独、すなわち、日本黒鉛工業株式会社製商品名スーパーコロハイト#72単独、(3)同じく平均粒径0.5 μm のコロイド状の二硫化モリブデン単独、すなわち、日本黒鉛工業株式会社製商品名モリハイト#ME-20単独、をそれぞれ用い、圧力80 kg/cm^2 、温度130 $^{\circ}\text{C}$ にて成形した場合にも、前記実施例1と略々同様の結果が得られた。

実施例 3

前記実施例1における(b)窒化硼素15重量%の代りに、窒化硼素5重量%、二硫化モリブデン5重量%およびコロイド状黒鉛5重量%、3者合計15重量%を用い、圧力150 kg/cm^2 、温度100 $^{\circ}\text{C}$ にて成形した場合にも略々同様な結果が得られ本発明の顕著な効果が認められた。

実施例 4

前記実施例1における(b)窒化硼素15重量%の代りに、前記窒化硼素5重量%、前記コロイド状黒鉛5重量%、前記微粉末シリカ2.5重量%、同じく微粉末アルミナ2.5重量%、以上4者合計15重量%を用い、圧力30 kg/cm^2 、温度200 $^{\circ}\text{C}$ にて成形した場合にも略々同様な結果が得られた。この場合にはパッキング材の硬さが幾分増加し、耐熱性も上昇した。本発明の効果が十分認められた。

実施例 5

粒度1 μm 以下のコロイド状の窒化硼素(b)として、日本黒鉛工業株式会社製商品名ルービーエヌ#FK-26を使用し、このもの5重量%と、前記可撓性膨脹黒鉛(a)95重量%とを、300重量%のメチルアルコール中に添加混合し、メチルアルコール液相中にてよく攪拌し均一な組成を有する懸濁液を調製する〔工程(い)〕。次いでメチルアルコール(c)のみを傾斜、蒸溜除去して略々乾燥した混合粉体(a+b)を得る〔工程(ろ)〕。

この混合粉体より前記実施例1と全く同様に圧力10 kg/cm^2 、温度120 $^{\circ}\text{C}$ にて加圧成形して環状のパッキング材を得る〔工程(は)〕。このパッキング材(内径70 mm 、外径90 mm 、厚さ10 mm 、断面三角形のリング状)を同様にスリーブジョイ

10

ントのパッキングとして使用したところ略々同様な結果が得られた。また、内径240 mm 、外径260 mm 、厚み10 mm のものについても同様であった。

実施例 6

前記窒化硼素(b)として、日本黒鉛工業株式会社製商品名ルービーエヌ#5026 2.5重量%と、前記コロイド状黒鉛(b)として、日本黒鉛工業株式会社製商品名スーパーコロハイト#3 2.5重量%と、可撓性膨脹黒鉛(a)95重量%とを、300重量%の水(c)と共に混合しよく攪拌して懸濁液(a+b+c)を調製し、傾瀉と遠心分離の操作によつて大部分の水分(c)を除去し、熱風により加熱乾燥し混合粉体(a+b)を得た。この粉体を圧力100 kg/cm^2 、温度80 $^{\circ}\text{C}$ にて加圧成形して実施例6と同様なパッキング材を得た。このパッキング材は略々同様な効果を奏することが確認された。

実施例 7

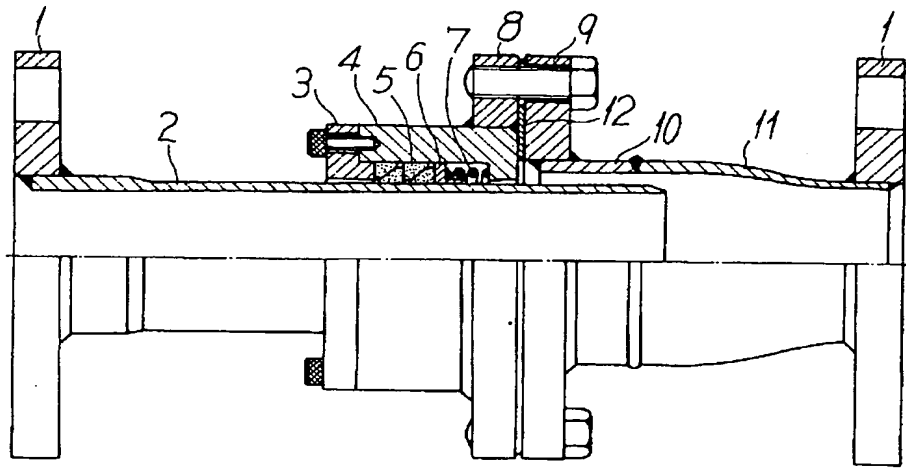
前記窒化硼素(b)として、日本黒鉛工業株式会社製商品名ルービーエヌ#FK-26を3重量%と、前記コロイド状黒鉛(b)として、日本黒鉛工業株式会社製商品名スーパーコロハイト#3を3重量%と、同じくコロイド状の二硫化モリブデン(b)として、日本黒鉛工業株式会社製商品名モリハイト#ME-20を3重量%と、コロイド状シリカを1重量%と、可撓性膨脹黒鉛(a)を90重量%とを、(c)ケロシン200重量%と共に混合しよく攪拌して懸濁液(a+b+c)を調製し、傾斜と加熱蒸発によりケロシンを略々除去した後、圧力60 kg/cm^2 、温度150 $^{\circ}\text{C}$ にて加圧成形して実施例1と略々同様なパッキング材を製造し、スリーブジョイントに使用したところ、同様な好結果が得られた。

図面の簡単な説明

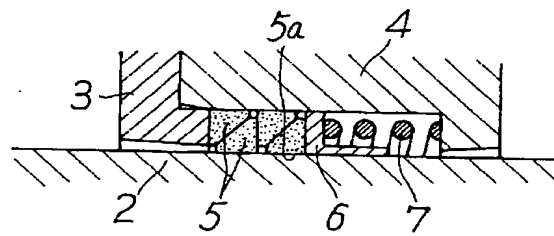
第1図は本発明の一実施例に係る一部断面正面略図、第2図は同じくその要部を示す断面図、第3及び4図はそれぞれその実施例の斜視図である。

1……フランジ、2……スリーブ、3……パッキン押え、4……ハウジング、5、5'……パッキン材、6……パッキンアツプスリーブ、7……スプリング、8……リングA、9……リングB、10……中央管、11……レジューサ。

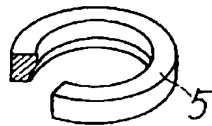
第1図



第2図



第3図



第4図

